



US006582867B2

(12) **United States Patent**
Serizawa et al.

(10) **Patent No.:** **US 6,582,867 B2**
(45) **Date of Patent:** **Jun. 24, 2003**

(54) **TONER FOR DEVELOPING
ELECTROSTATIC LATENT IMAGE,
PROCESS FOR PRODUCING THE SAME,
AND PROCESS FOR FORMING IMAGE**

(75) Inventors: **Manabu Serizawa**, Minamiashigara
(JP); **Katsumi Dalmon**,
Minamiashigara (JP); **Norihito**
Fukushima, Minamiashigara (JP);
Takashi Imai, Minamiashigara (JP);
Hirokazu Hamano, Minamiashigara
(JP)

(73) Assignee: **Fuji Xerox Co., Ltd.**, Tokyo (JP)

(*) Notice: Subject to any disclaimer, the term of this
patent is extended or adjusted under 35
U.S.C. 154(b) by 12 days.

(21) Appl. No.: **09/935,712**

(22) Filed: **Aug. 24, 2001**

(65) **Prior Publication Data**

US 2002/0055050 A1 May 9, 2002

(30) **Foreign Application Priority Data**

Aug. 30, 2000 (JP) 2000-260311
Oct. 3, 2000 (JP) 2000-303912

(51) Int. Cl.⁷ **G03G 9/00**

(52) U.S. Cl. **430/108.4; 430/111.4;**
430/137.4

(58) Field of Search 430/108.4, 111.4,
430/137.14

(56) **References Cited**

U.S. PATENT DOCUMENTS

6,475,688 B1 * 11/2002 Tamura et al. 430/108.3

FOREIGN PATENT DOCUMENTS

JP A 62-129867 6/1987

JP	A 62-170971	7/1987
JP	A 62-170972	7/1987
JP	A 62-205365	9/1987
JP	A 62-276565	12/1987
JP	A 62-276566	12/1987
JP	A 63-38949	2/1988
JP	A 63-38950	2/1988
JP	A 63-38951	2/1988
JP	A 63-38952	2/1988
JP	A 63-38953	2/1988
JP	A 63-38954	2/1988
JP	A 63-38955	2/1988
JP	A 63-38956	2/1988
JP	A 63-282752	11/1988
JP	A 5-1217	1/1993
JP	A 5-5056	1/1993
JP	A 5-112715	5/1993
JP	A 6-148936	5/1994
JP	A 6-194874	7/1994
JP	A 6-250439	9/1994

* cited by examiner

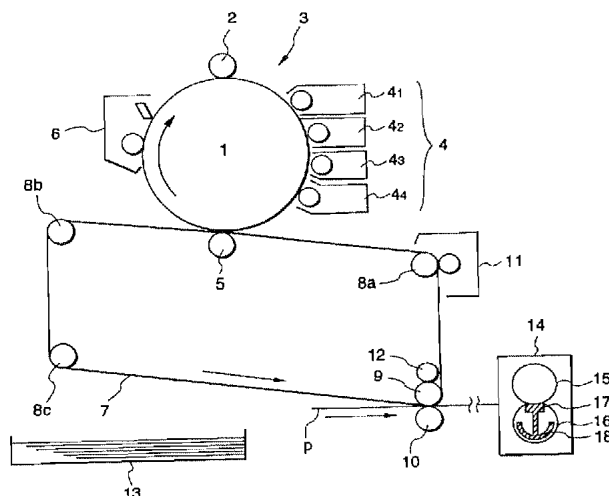
Primary Examiner—Mark A. Chapman

(74) Attorney, Agent, or Firm—Oliff & Berridge, PLC

(57) **ABSTRACT**

A toner for developing an electrostatic latent image, a process for producing the same and a process for forming an image using the same are provided. The toner is produced by a simple production process, with good reproducibility, particularly in particle size and particle size distribution. The toner is excellent in production stability, with a wide fixing region, and is also excellent in low temperature fixing property, production stability, storage stability of resin particles formed by the aggregation process, and charging property, particularly environmental stability and time-lapse stability. The toner for developing an electrostatic latent image contains a crystalline resin having a melting point as a binder resin, and at least one of an ester compound having an alkyl group having from 6 to 32 carbon atoms and a resin having a contact angle with water that is smaller than that of the crystalline resin.

14 Claims, 1 Drawing Sheet



より高画質画像の形成に適した静電荷集積型用トナリ及びその製造方法、静電荷集積型、画像形成方法、並びに画像形成装置に関する。

【0002】 精微画像を経て画情報を引出す方法
 【従来の技術】 精微画像は、電子写真法は現在各種の分野に広く利用されている。電子写真法は、帯電工程、露光工程を経て、感光体に静電荷像を形成し、これを現像工程、転写工程を経て転写紙上に等電荷像を引出す方法である。

【0003】電子基板は、帯電工率、露光工率等に
よって形成された絶縁体上の積層構造を原料液で覆い、乾
写する。乾写工程を終えた定着基材上のトナーは、定着工
程においては加熱手段を備えた定着部材により加熱、溶浸
され、定着部材表面にトナー画像を定着する。定着工程
では定着部材は、トナーだけでなく定着基材も必要温度
に加熱することにより、トナーは定着基材に定着され
る。定着基材への加熱が不十分であると、トナーだけが
溶浸して定着部材にトナーが付着するいわゆるコールド
オフセットが発生する。また、加熱しすぎると、トナー
の粘着が低下して定着部材の一部又は全部が定着部材
の粘着が低下して定着部材の一部又は全部が定着部材
に付着するいわゆるホットオフセットが発生する。した
って、定着部材からの加熱は、コールドオフセットと
ホットオフセットの共に発生しない定着領域を提示する
必要がある。

【0004】一方、エネルギー省電力への要請の高まりに伴い、複合機にはおよびる程度の使用電力を占める走動工程の省電力化と、走動領域の拡大を図るためには、一定の定常温度をより低減化させる必要がある。トナ一定温度度を低減化させることは、省電力化と定常領域の拡大に於いて、複合機等の電源入り時における走動モード表面の定常可能温度までの待ち時間、いわゆるウォームアップタイムの短時間化、走動ロールの最乗荷化を可能にする。

【0005】ところで、トナー定着温度の低減化は、同時にトナーのガラス転移点の低下をもたすことになる。トナーの保存性を悪くせよという問題があり、画立を図ることが困難であった。低減に着くとトナー保存性の両立を望むためには、トナーのガラス転移点をより高温に保つておき、高温領域でトナー粘度が急速に低下する、いわゆるシャープマルト性をもつことが必要となる。

【0006】しかし、トナに使用される樹脂は、通常はガラス転移点や分子重などに変動幅があるため、シャープな熔点を得るためには、極端に樹脂の組成、分子重をそろえる必要がある。このような樹脂を得るために、特許な製法を用いたり、樹脂をクロマトグラフ等で処理することにより樹脂の分子量を整える必要が生ずるため、樹脂の作製コストが非常に高くなり、かつ、その際に不要な樹脂が副生されるので、環境問題の観点から好ましくない。

【附】水鏡 卷之四

【請求項1】 結着剤として融点を有する結晶性樹脂を少なくとも含む有する解離前像用トナーにおいて、炭素数が6～32の範囲にあるアルキル基を有するエステル化合物を含有することを特徴とする解離前像用トナー。

【請求項2】 前記電荷像現像用トナーの貯蔵弾性率 (G') 及び損失弾性率 (G'') の値が、 $40 \sim 110$ GPa の範囲で温度差 10°C 当たり 2 倍以上変化する領域を有することを特徴とする請求項 1 記載の静電潜像現像用トナー。

【請求項3】 前記静電荷像現像用トナーが1種以上の
離型剤を含有することを特徴とする請求項1又は2記載
の静電荷像現像用トナー。

【請求項4】
前記結着樹脂は、着色剤粒子分散液と、着色剤粒子分散液と、前記エポキシ系化合物粒子の分散液とを懸濁液とし、前記結着樹脂中に、着色剤粒子を少なくとも含有し、前記結着樹脂材料として、着色剤粒子の結晶性樹脂の凝集粒子の分散液を調整して、前記結着樹脂を一体化する際の融点以上の温度に加熱して前記凝集樹脂を一体化することを特徴とする請求項1～3のいずれか1項に記載の静電荷電像現像用トナーの製造方法。

【請求項5】 キャリアとトナールを含有する静電荷像現像剤において、前記トナールが請求項1～3のいずれかの特許請求の範囲に記載の静電荷像現像剤用トナールであることを特徴とする静電荷像現像剤。

【請求項6】 前記キヤリアが、樹脂被覆層を有するこ
とを特徴とする請求項5記載の静電荷像現像剤。

【請求項7】
静電潜像を形成する工程、現像剤で前記
静電潜像を显像する工程、トナー画像を定着基材に転写
する工程、及び、トナー画像を定着基材に定着する工程
を有する画像形成方法において、請求項5又は6記載の
静電潜像現像剤を用いることを特徴とする画像形成方
法。

【請求項8】 前記定音工程において定音部材と、定音基材上の未定音画像の接触時間を $0.1 \sim 0.5$ 秒で調整することを特徴とする請求項7記載の画像形成方法。

【請求項9】 前記定着工程において、ペント式定着機を用いることを特徴とする請求項7又は8記載の画像形成方法。

【請求項10】 動画像処理手段と、画像書き込み手段と、現像剤を供給する現象手段と、前記電圧像相本体に上とのトナー画像を転写体に転写する手段と、前記転写体上にのトナー画像を走査する手段を備えた画像形成装置において、加圧、請求項5又は6記載の静電荷像現像剤を用いたことを特徴とする画像形成装置。

【發明の詳細な説明】

【1000】

【発明の属する技術分野】本発明は、電子写真法等によ

(11) 特許出願公開番号
特開2002-72534
(P2002-72534A)
(43) 公開日 平成14年3月12日(2002.3.12)

(5)Int.Cl.	識別記号	F I	フーゴト(参考)
G03G	9/08	G03G	9/08
			365
			2H005
			2H033
9/087		15/20	102
9/113		9/08	381
15/20	102	9/10	351
		審査請求 未請求	請求項の数10 O L (全 25頁)

(21) 出願番号	特願2000-260311(P2000-260311)	(71) 出願人	000005496 富士ゼロックス株式会社
(22) 出願日	平成12年8月30日(2000.8.30)	(72) 発明者	神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロックス株式会社内 大門 克己
		(74) 代理人	100075258 弁理士 吉田 研二 (外2名)

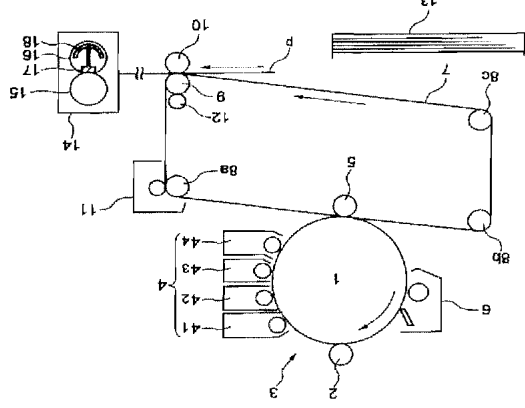
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 静電荷像現像用トナー及びその製造方法、画像形成方法、並びに画像形成装置

(57)【要約】

【課題】 低温定着性に優れた、粒度分布が狭く、定着むらや地かぶりのない高品質の画像を形成できる静電荷画像現象用トナー、静電荷像像剤、画像形成方法及び画像形成装置を提供しようとするものである。

【解説手段】 結着樹脂として醃点を有する結晶性樹脂を、少なくとも含有する静電荷電使用トナーにおいて、炭素数は6〜32の範囲にあるアルキル基を有するエステル化合物を含有することを特徴とする静電荷電使用トナー、該トナーを用いた静電写像処理装置、画像形成方法及び画像形成装置である。



(3)

3

【0007】トナーの定着温度を低下させる方法として、結着樹脂に結晶性樹脂を用いることが提案されている。(特開昭62-129867号公報、特開昭62-170971号公報、特開昭62-170972号公報、特開昭62-205365号公報、特開昭62-276565号公報、特開昭62-276566号公報、特開昭63-038949号公報、特開昭63-038950号公報、特開昭63-038951号公報、特開昭63-038952号公報、特開昭63-038953号公報、特開昭63-038954号公報、特開昭63-038955号公報、特開昭63-038956号公報、特開昭65-001217号公報、特開平06-48936号公報、特開平06-194874号公報、特開平05-005056号公報、特開平05-112715号公報)。

【0008】これらの方法は、定着温度を低下させることとはできるものの、温度変化に対する樹脂結度の傾きが大きいため、トナーの作製時、例えば溶融時に十分な粘性が得られず、樹脂に対する着色剤、顔料類等の分散性が安定せず、着色性や定着性に欠けるため、トナーを主とする樹脂の粉砕が困難になるため、小粒のトナーが得られ難くなるという問題を生ずる。この問題を解決する方法があるが、それらの方法は樹脂中の助剤を添加する方法であるが、それらの助剤は樹脂中に分散して、結着樹脂の結晶性を妨げるため好ましくない。

【0009】近年、粒子の形状や表面積を目的に沿って制御するトナーの製造方法として、凝集・溶融法が提唱された(特開昭63-282752号公報、特開平6-250439号公報)。凝集・溶融法は、乳化重合法や分散乳化法等により樹脂粒子分散液を作製し、一方で、溶媒に着色剤を分散させた重合剤分散液を複製し、これらを混合してトナー粒徑に相当する凝集粒子を形成した後、加熱、溶融してトナー粒子を得る方法である。この凝集・溶融法によると、加熱溶度条件を適切にすることにより、トナー形状を規定から球形まで任意に制御することが可能となる。

【0010】この凝集・溶融法は、例えば乳化重合工程において、界面活性剤を用いて重合性当量体を分散乳化させ、重合剤溶液を用いて重合させる方法が一般的である。しかし、界面活性剤は一般的に帯電を抑制する性質があるため、トナーの荷電特性に大きな影響を与える。その結果、夏乾燥ではトナーの帯電が低下して現像相がゆるめられ、マシン内汚染が発生しやすい。反対に、冬乾燥では帯電が高すぎて面像濃度が低くなる等の問題が生じる。

【0011】これを防止するために、トナーの溶着時間を長くして残留する界面活性剤量を減少させることが試みられているが、界面活性剤を簡単に取り除くことは難

4

しく、商業に取り除くためには溶着時間を非常に長くする必要があり、コストアップにつながるため現実的な手法とはいえない。

【0012】また、界面活性剤を用いない、いわゆるゾーアブリー重合により粒子を作製する方法も考えられるが、ゾーアブリー重合により作製された粒子は、一般的に粒徑分布が広くなく、凝集工程における凝集粒子の粒徑分布の制御が難しくなる。また、ゾーアブリー重合により作製された粒子は、五状の制御性、具体的には球形化が困難であり、さらに、樹脂粒子分散液中で樹脂粒子同士が凝集するため、樹脂粒子分散液の保存性に問題が生ずるなど、難しい問題が多く存在する。

10

【0013】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、帯電現像用トナー、特にフルカラートナーにおける上記の問題を解決し、以下の目的を達成することを課題とする。

1) 定着温度領域が広く、特に低温度条件下に優れた静電現像用トナー及び静電現像剤を提供することを旨とする。

2) 帯電性、特に、電圧安定性、経時安定性に優れた静電現像用トナー、及び静電現像剤を提供することを旨とする。

3) 製造方法が簡単で、粒徑の形状や、粒徑分布などの再現性が優れており、製造安定性の優れた静電現像用トナー及び静電現像剤を提供することを旨とする。

4) 静電性樹脂粒子の製造安定性、保存安定性に優れた静電現像用トナー、及び静電現像剤を提供することを旨とする。

5) 前記静電現像用トナーを安定して製造する方法を提供することを目的とする。

6) 前記静電現像用トナーを用いて安定した面像の形成を可能にする方法を提供することを目的とする。

7) 前記静電現像用トナーを用いて安定した面像の形成を可能にする装置を提供することを目的とする。

20

【0014】

【課題を解決するための手段】本発明は、下記の構成を採用することにより、上記の課題の解決に成功した。

(1) 結着樹脂として融点を有する結晶性樹脂を少なくとも含有する静電現像用トナーにおいて、炭素数が6〜3.2の範囲、好ましくは10〜2.4の範囲にあるアール基を有するエステル化合物を含有することを特徴とする静電現像用トナー。

(2) 前記エステル化合物は分子量が200〜1500の範囲、好ましくは500〜1000の範囲にあることを特徴とする前記(1)記載の静電現像用トナー。

【0015】(3) 前記結晶性樹脂を構成する当量体として、スカルニル基含有重合性当量体を含有することを特徴とする前記(1)又は(2)記載の静電現像用トナー。

5

(4) 前記結晶性樹脂は、融点が45〜110℃の範囲、好ましくは50〜100℃の範囲、より好ましくは55〜90℃の範囲にあることを特徴とする前記(1)〜(3)のいずれか1つに記載の静電現像用トナー。

【0016】(5) 前記静電現像用トナーの貯蔵弾性率(G')及び損失弾性率(G'')の値が、40〜110℃の温度範囲で温度差10℃当たり2桁以上変化する領域を有することを特徴とする前記(1)〜(4)のいずれか1つに記載の静電現像用トナー。

(6) 前記静電現像用トナーの貯蔵弾性率(G')及び損失弾性率(G'')のより好ましい値は、60〜90℃の温度範囲で温度差10℃当たり2桁以上変化する領域を有することを特徴とする前記(5)記載の静電現像用トナー。

【0017】(7) 前記静電現像用トナーの融点Tmに對し、Tm20℃における損失弾性率をG'(Tm+20)、Tm+50℃における損失弾性率をG'(Tm+50)とするときに下記式を満たす、

0 ≤ log G'(Tm+20) - log G'(Tm+50) ≤ 1.5

また、Tm20℃における損失弾性率をG'(Tm+20)、Tm+50℃における損失弾性率をG'(Tm+50)とするときに下記式を満たす、

0 ≤ log G'(Tm+20) - log G'(Tm+50) ≤ 1.5

ことを特徴とする前記(1)〜(6)のいずれか1つに記載の静電現像用トナー。

【0018】(8) 前記静電現像用トナーの融点Tmに對し、Tm20℃における損失正接tan δが、角周波数1rad/secで、0.01 ≤ tan δ ≤ 2、好ましくは0.1 ≤ tan δ ≤ 1.8を満たすことを特徴とする前記(1)〜(7)のいずれか1つに記載の静電現像用トナー。

【0019】(9) 前記静電現像用トナーが1種以上の融点を含有することを特徴とする前記(1)〜(8)のいずれか1つに記載の静電現像用トナー。

(10) 前記融点型が45〜110℃の範囲、好ましくは60〜90℃の範囲に融点を有することを特徴とする前記(9)記載の静電現像用トナー。

【0020】(11) 前記静電現像用トナー中の離型剤の含有量が0.5〜40重量%の範囲、好ましくは2〜15重量%の範囲にあることを特徴とする前記(9)又は(10)記載の静電現像用トナー。

(12) 前記静電現像用トナーの平均粒徑が3〜10 μmの範囲、好ましくは4〜7 μmの範囲にあることを特徴とする前記(1)〜(11)のいずれか1つに記載の静電現像用トナー。

【0021】(13) 前記結着樹脂粒子分散液と、着色剤粒子分散液と、前記エステル化合物粒子の分散液とを攪拌混合し、前記の結着樹脂粒子と着色剤粒子を少なくとも含有する凝集粒子分散液を調製し、前記結着樹脂の結晶性樹脂の融点以上と、界面活性剤の使用を可能にし、優れた低温

(4)

6

化することと特徴とする前記(1)〜(12)のいずれか1つに記載の静電現像用トナーの製造方法。

(14) スカルニル基含有重合性当量体を含有結晶性樹脂原料単体を重合して、前記結着樹脂粒子分散液を調製して使用することを特徴とする前記(13)記載の静電現像用トナーの製造方法。

【0022】(15) キャリアとトナーとを含有する静電現像剤において、前記トナーが前記(1)〜(12)のいずれか1つに記載の静電現像用トナーであることを特徴とする静電現像剤。

(16) 前記キャリアが、樹脂被覆層を有することを特徴とする前記(15)記載の静電現像剤。

【0023】(17) 静電現像を形成する工程、現像剤で前記静電現像を現像する工程、トナー前像を定着基材に転写する工程、及び、トナー前像を定着基材に定着する工程を有する画像形成方法において、前記(15)又は(16)記載の静電現像剤を用いることを特徴とする画像形成方法。

(18) 前記定着工程において定着部材と、定着基材上の未定着画像の転写時間を0.1〜0.05秒で調整することを特徴とする前記(17)記載の画像形成方法。

(19) 前記定着工程において、ベルト式定着機を用いることを特徴とする前記(17)又は(18)記載の画像形成方法。

【0024】(20) 静電現像剤と、画像書き込み手段と、現像剤を供給する現像手段と、前記静電現像剤と、トナー前像を転写体に転写する手段と、前記転写体上のトナー前像を定着する手段を備えた画像形成装置において、加工ロールと定着ベルトからなるベルト式定着機を用い、かつ、(15)又は(16)記載の静電現像剤を用いたことを特徴とする画像形成装置。

【0025】

【発明の実施の形態】本発明は、結着樹脂として融点を有する結晶性樹脂を含有し、かつ、炭素数が6〜3.2の範囲のアール基を有するエステル化合物を含有することにより、分散液中の凝集粒子の安定性を確保し、かつ結着樹脂の結晶性を維持することに成功した。凝集粒子の安定性は、凝集剤法によるトナーの製造においては結着樹脂中の重合剤や離型剤の分散性を大幅に改善し、結着樹脂の結晶性の維持は、低湿定着性の確保を可能にし、その結果、低湿定着性、着色性に優れた静電現像用トナーの提供が可能にした。

【0026】一般に結晶性樹脂は、融点を有するため特定温度における粘度の低下が大きく、樹脂分子が熱的に活動を開始してから定着可能領域までの温度差を小さくすることができなくなるため、優れた低湿定着性を付与することができない。他方、非結晶性樹脂は、ガラス転移点で樹脂分子が熱的に活動を開始してから、緩やかに粘度が低下するため定着可能領域までの温度差が大きく、低湿定着性を確保することができない。そこで、本発明では、融点を有する結晶性樹脂の使用を可能にし、優れた低温

(4)

(3)

20

40

60

80

(5)

7

定着性を確保できるようにした。

【0027】本発明で用いる結晶性樹脂は、低溫定着性とトナーの保存安定性を確保するために、45～110℃の範囲に融点を有するものが適当である。融点が45℃を下回ると、トナーの保存が困難になり、110℃を超えると低溫定着性の効果を享受することができない。結晶性樹脂の好ましい融点の範囲は50～100℃であり、より好ましい範囲は55～90℃である。前記樹脂の融点は、JIS-K-7121に示す方法で求めた。

【0028】他方、本発明のとナーは、小粒径で狭い粒度分布を有することが有利であり、樹脂粒子と着色剤粒子を凝集させ、溶融一体化させてトナーを製造する凝集溶融法が適している。この方法では、凝集粒子の作製は、まず、ブラウン運動を用いるサブミクロン径程度の分散乳化した樹脂粒子、着色剤粒子などを、凝集剤の存在により約1～2μm程度の凝集粒子を作製する。いわゆる熱運動凝集が生じ、さらに、この凝集粒子分散液を加熱することにより、凝集粒子同士を凝集させて粒塊を調整する、いわゆる流動凝集凝集が起こるものと思われる。

【0029】この熱運動凝集と流動凝集は同時に進行するものではないため、最終的に粒度分布の狭い粒子を得るためには、前記の約1～2μm程度の凝集粒子を安定に作製する必要がある。この熱運動凝集が十分に進行する前に、流動凝集凝集領域の凝集が開始されると、分散粒子を凝集させたまま凝集が進行するため、トナーの粒度分布が広く好ましくない。

【0030】本発明の結晶性樹脂は、樹脂分子の一部又は全部が規則的に配列しているため、融点が低い温度領域では溶度の影響を受けにくい。そのため、熱運動凝集による約1～2μm程度の凝集粒子の安定性が低くなる傾向がある。さらに、乳化的段階で界面活性剤等の乳化剤を使用するときには凝集粒子の安定性はさらに低くなる。

【0031】そこで、本発明は、結着樹脂として結晶性樹脂を含有するトナーにおいて、炭素数が6～32の直鎖のアルキル基を有するエステル化合物を含有させることにより、結晶性樹脂の低溫定着性を保持しながら、凝集剤の安定性を確保することにより、結晶性樹脂を含有する結着樹脂への着色剤や顔料型の分散性を改善し、結晶性樹脂の結晶部分と溶けに相溶することにより、着色剤や顔料型のなじみを良くし、結晶性樹脂の部分的な結晶性の崩れが熱運動凝集による凝集粒子の安定性を高め、結晶性樹脂を含有する結着樹脂への着色剤及び顔料型の分散性を改善し、結晶性樹脂の安定性を向上させる。また、この化合物はエステル基を有するため、溶融状態で結晶性樹脂との相溶性が低く、溶融、冷却、一体化工程で結着樹脂の結晶性を阻害しな

9

銅アルキルのジカルボン酸類、
③ブタンジカル、ペンタンジカル、ヘキサジオール、ヘブタンジカル、オクタジオール、ノナンジオール、デカンジオール、ノデカンジオール等の長鎖アルキル、アルケニルのジオール類を用いたポリエステル樹脂、

④(メタ)アクリル酸アミル、(メタ)アクリル酸ヘキシル、(メタ)アクリル酸ヘプチル、(メタ)アクリル酸オクチル、(メタ)アクリル酸ノニル、(メタ)アクリル酸デシル、(メタ)アクリル酸ウンデシル、(メタ)アクリル酸ドデシル、(メタ)アクリル酸ミリスチル、(メタ)アクリル酸セチル、(メタ)アクリル酸ステアシル、(メタ)アクリル酸オレイル、(メタ)アクリル酸ペヘニル等の長鎖アルキル、アルケニルの(メタ)アクリル酸エステル、

【0037】また、本発明の結晶性樹脂は、融点、分子量等を調整する目的で、上記の重合性単量体以外に、より短い鎖のアルキル基、アルケニル基、芳香環等を有する化合物を使用することができ、具体的に以下のものを挙げる事ができる。

①重合性単量体がジカルボン酸のときには、コハク酸、マロン酸、シロウ酸等のアルキルカルボン酸類；フタル酸、イソフタル酸、テレフタル酸、ホモフタル酸、4、4'-ビ安息香酸、2,6-ナフタレンジカルボン酸、1,4-ナフタレンジカルボン酸等の芳香族ジカルボン酸類；ジビコリン酸、ジニコチン酸、キノリン酸、2,3-ビス(1,4-ナフタレンジカルボン酸)の含窒素芳香族ジカルボン酸類、

②重合性単量体がジオール類のときには、コハク酸、マロン酸、アセトンジカルボン酸、ジグリコール酸等の短鎖アルキルのジオール類、

③短鎖アルキルのビニル系重合性単量体としては、(メタ)アクリル酸メチル、(メタ)アクリル酸エチル、(メタ)アクリル酸プロピル、(メタ)アクリル酸ブチル等の短鎖アルキル、アルケニルの(メタ)アクリル酸エステル類、アクリロニトリル、メタクリロニトリル等のビニルニトリル類；ビニルメチルエーテル、ビニルイソブチルエーテル等のビニルエーテル類；ビニルメチルケトン、ビニルエチルケトン、ビニルイソプロピルベンジル類；エチレン、プロピレン、ブタジエン、イソプレン等のオレフィン類等、これらの重合性単量体は、1種単独で用いても良い、2種以上を併用しても良い。

【0038】結晶性樹脂は本来乳化解散性が悪いので界面活性剤等の乳化剤を添加するが、乳化剤の添加は粒子の帯電量の低下、又はこれを防止するために洗浄工程を長くするなどの不都合を生ずるので、乳化剤の使用を抑制することが好ましい。本発明では、結晶性樹脂の重合に際してスルホン基含有重合性単量体を配合することにより、乳化剤の使用量を減らしても凝集粒子の分散安定性を確保することができ、スルホン基含有重合性

(6)

10

用単体の樹脂は、共重合可能であれば特に制限はない。具体例としては、樹脂がポリエステルである場合は、スルホンカルボン酸ナトリウム塩、3-スルホンポリイソフタル酸ナトリウム塩等の芳香族に直接スルホン基が置換したジカルボン酸化合物が挙げられ、また、樹脂がビニル系樹脂の場合は、オルト、メタ、パラ位のいずれかにスルホン基を有するスチレンの誘導体、スルホン基含有ビニルナフタレン等のスルホン基置換芳香族ビニル等が挙げられる。

【0039】本発明における結晶性樹脂粒子分散液は、熱運動凝集による凝集が生じ易い。分散剤、乳化剤等を添加すれば凝集を抑制することができ、前記のように粒子の帯電性を低下させたり、これを防止するための洗浄工程を長くする使用があるなどの不都合がある。樹脂粒子分散液の保存は、40℃以下の温度で保存することが好ましい。より好ましくは20℃以下である。40℃を超えて保存すると、分散時に凝集粒子を再分散させなければならず、分散均一性を確保できないだけでなく、凝集性機材のための不要なエネルギーが必要になるので好ましくない。

【0040】本発明の結着樹脂は、高温領域における定着時のホットオフセット等を防止する目的で、必要に応じて架橋剤を添加することもできる。架橋剤の具体例としては、下記のものを使用することができる。

①ジビニルモノ、ジビニルナフタレン等の芳香族の多ビニル化合物類、
②フタル酸ジビニル、イソフタル酸ジビニル、テレフタル酸ジビニル、ホモフタル酸ジビニル、トリメチン酸ジビニル/トリビニル、ナフタレンジカルボン酸ジビニル、ピフェニルカルボン酸ジビニル等の芳香族多価カルボン酸の多ビニルエステル類、

③ジビニルカルボン酸ジビニル等の含窒素芳香族化合物のジビニルエステル類、

④ビロール、チオフェン等の不飽和複素環化合物類、
⑤ビロチン酸ジビニル、フランカルボン酸ジビニル、ピコール-2-カルボン酸ジビニル、チオフェンカルボン酸ジビニル等の不飽和複素環化合物カルボン酸のビニルエステル類、

⑥ブタンジオールメタクリレート、ヘキサジオールアクリレート、オクタジオールメタクリレート、デカンジオールアクリレート、ドデカンジオールメタクリレート等の直鎖多価アルコールの(メタ)アクリル酸エステル類、

⑦ネオペンチルグリコールメタクリレート、2-ヒドキシ、1,3-ジブタジオリキシプロパン等の分枝、直鎖多価アルコールの(メタ)アクリル酸エステル類、
⑧ポリエチレングリコールジ(メタ)アクリレート、ポリプロピレンポリエチレングリコールジ(メタ)アクリレート類、

⑨コハク酸ジビニル、フマル酸ジビニル、マレイン酸ジ

(11)

19

わで用いると二成分系現像剤として調製してもよい。
【0073】前記キャリアには特に制限はなく、それ自体公知のキャリアを使用できる。例えば、特開昭62-39879号公報、特開昭56-11461号公報等に記載された樹脂液キャリア等の公知のキャリアを使用できる。キャリアの具体例としては、以下の樹脂液キャリアが挙げられる。キャリアの核粒子としては、通常の染料、フレイタ、マグネタイト連列物などが挙げられ、その平均粒径は30〜200nm程度である。

【0074】核粒子の最厚部分は、例えば、ステレン、パラクロロスチレン、 α -メチルスチレン等のスチレン類、アクリル酸メチル、アクリル酸エチル、アクリル酸n-ブチル、アクリル酸ラウリル、アクリル酸2-エチルヘキシル、メタクリル酸メチル、メタクリル酸、n-ブチルメタクリル酸ラウリル、メタクリル酸、 α -エチルヘキシル等の α -メチレン脂肪族モノカルボン酸類、ジメチルアミノエチルメタクリレート等の含窒素アクリル類、アクリロニトリル、メタクリロニトリル等のビニルモノトリル類、2-ビニルピリジン、4-ビニルピリジン等のビニルピリジン類、ビニルメチルエーテル、ビニルイソブチルエーテル等のビニルエーテル類、ビニルメチルケトン、ビニルエチルケトン、ビニルプロパノールケトン等のビニルケトン類、エチレン、ブレン等のオレフィン類、非化ビニルピリジン、テトラフルオロエチレン、ヘキサフルオロエチレン等のビニル系フッ素化合物等の単独重合体、又は2種類以上のモノマーからなる共重合体、メチルシリコン、メチルシリコン等のシリコン類、ビスフェノール、クリニール等を含有するポリエステル類、エポキシ樹脂、ポリウレタン樹脂、ポリカーボネート樹脂等が挙げられる。これらの樹脂は、1種単独で用いてもよい、あるいは2種以上併用してもよい。被覆樹脂の量としては、核粒子に対して0.1〜10重量部程度であり、0.5〜3.0重量部の範囲が好ましい。

【0075】キャリアの製造には、加熱型エンダー、加熱型ベンジエリミキサー、UMミキサーなどを使用することができ、被覆樹脂の量によっては、加熱流動転写機、加熱型シリコンなどを使用することができる。静電荷修整装置におけるトナーとキャリアの混合比は、特に制限はなく、目的に応じて任意選択することができる。

【0076】一面像形成方法

本発明の画像形成方法は、静電潜像形成工程、トナー画像形成工程、転写工程、及び定着工程を含む。画像形成の各工程はそれ自体一般的な工程であり、例えば特開昭56-40868号公報、特開昭49-91231号公報等に記載されており、公知のコピー機、ファクシミリ機等の画像形成装置に適用することができるものである。

【0077】静電潜像の形成は、静電潜像体上に静電

20

潜像を形成するものである。トナー一面像の形成は、現像剤担体上の現像剤層により静電潜像を現像してトナー一面像を形成する。現像剤層としては、本発明の静電潜像現像剤を含有し、特に特許に制限はない。転写は、トナー一面像を定着基材上に転写する。定着は、定着基材上に転写されたトナー一面像を、定着部材からの加熱により用紙等の定着基材上に定着する。

【0078】本発明の画像形成方法の特徴は、低温定着性に優れた本発明の静電潜像現像剤トナーを用いることにより、ベルト式定着機、ローラ式定着機などの定着温度を低く設定することができる、高速定着が可能とし、また、省エネ効果と、ウォームアップタイムの短縮効果を得ることができる。特に、定着用の加熱能力の低いベルト式定着器を採用した画像形成方法においては、地かぶりやコールドオフセットを発生させることなく、良好な画質を得ることができる利点がある。

【0079】画像形成装置

本発明の画像形成装置の1例を図1に示す。この装置は、感光体ドラム1の周囲に、回転方向に沿って順次、帯電部2、レーザー光の画像書き込み手段3、現像装置4、一次転写部5、タリニング装置6などを配置し、現像装置4の現像剤41〜44に黒、イエロー、マゼンタ、シアン各色のトナーが収容されている。感光体ドラム1表面に当接し、感光体ドラム1と一次転写部5との間を転写方向に走行する中間転写ベルト7は、テンションローラ8a、8b、8c及びバックアップローラ9に張られている。バックアップローラ9及びテンションローラ8aには、それぞれ対向する位置にバックアップローラ10及びびりクリナー11が設置されている。

【0080】一次転写部5が中間転写ベルト7を介して感光体ドラム1を転写する部位が一次転写部となり、バックアップローラ10がバックアップローラ9を転写する部位が二次転写部となる。そして、給紙トレート13から二次転写部に供給された転写紙Pには、中間転写ベルト7からトナー一面像が転写され、内部にヒータを備えた加圧ローラ15と転写ベルト16とからなる定着部14に送られて定着される。なお、転写ベルト16の内側には、転写ベルト16を加圧ローラ15に押しつけるための加圧バッド17とベルトガイド18が設置されている。

【0081】

【実施例】以下、本発明の実施例について説明するが、本発明はこれらの実施例に何ら限定されるものではない。なお、以下において、「部」は重量部を意味する。

また、トナーの平均粒径は、コールカウンター（ベックマン・コールター社製、TA2型）を用いて測定した。トナーの粒度分布は、小粒径からの積量体積で50%になった粒径d₅₀を、16%になった粒径d₁₆で割ったもの（d₅₀/d₁₆）であり、GSDで表す。トナー粒子を構成する樹脂の融点は、示差走査熱量計（高津製作所社製、DSC 50）を用い、昇温速度3℃/分

(12)

21

の条件下で測定した。

【0082】また、正接損失（tan δ ）は粘弾性測定装置（シオマトリックスサイエンティフィックF E社製、ARES）を用い、静電荷現像用トナーを溶剤に成形し、プレートの間隔が8mmのパラレルプレートにセットし、ノーマルフォースを0とした後に1rad/secの振動周波数で振動を与えた。測定温度は40℃から開始し、200℃まで連続した。測定時間インターバル＊

－樹脂粒子分散液（1）の調製－

セバシン酸	78.9. 0部
エチレンジグリコール	310. 5部
イソフタル酸－5－スルホン酸ナトリウム	199. 7部
フマル酸	40. 7部
ジブチルスズ	2. 0部

（以上、和光純薬（株）製）

上記成分をフラスコ内で混合し、減圧等雰囲気下で240℃に加熱して6時間脱水縮合し樹脂を得た。冷却後この樹脂150部を蒸留水850部中に入れ、85℃に加熱しながらホモジナイザー（IKAジャパン社製：ウルト※

－樹脂粒子分散液（2）の調製－

コハク酸	76.9. 8部
ブタンジオール	450. 5部
イソフタル酸－5－スルホン酸ナトリウム	199. 7部
フマル酸	40. 7部
ジブチルスズ	2. 5部

（以上、和光純薬（株）製）

上記成分を樹脂粒子分散液（1）と同様の条件で脱水縮合、攪拌混合して樹脂粒子分散液（2）を得た。得られた

－樹脂粒子分散液（3）の調製－

アゼライン酸	73.4. 0部
ブタンジオール	450. 5部
イソフタル酸－5－スルホン酸ナトリウム	199. 7部
フマル酸	40. 7部
ジブチルスズ	2. 0部

（以上、和光純薬（株）製）

上記成分を樹脂粒子分散液（1）と同様の条件で脱水縮合、攪拌混合して樹脂粒子分散液（3）を得た。得られた

－樹脂粒子分散液（4）の調製－

テレフタル酸	64.7. 8部
デカンジオール	871. 5部
イソフタル酸－5－スルホン酸ナトリウム	199. 7部
フマル酸	40. 7部
ジブチルスズ	2. 0部

（以上、和光純薬（株）製）

上記成分を樹脂粒子分散液（1）と同様の条件で脱水縮合、攪拌混合して樹脂粒子分散液（4）を得た。得られた

－樹脂粒子分散液（5）の調製－

セバシン酸	73.4. 0部
エチレンジグリコール	450. 5部
イソフタル酸－5－スルホン酸ナトリウム	199. 7部

(13)

23
 フマル酸
 ジブチルスズ
 24
 40.7部
 2.0部

(以上、和光純薬(株)製)

上記成分を樹脂粒子分散液(1)と同様の条件で排水精

合、撹拌混合し樹脂粒子分散液(5)を得た。得られた*

樹脂粒子分散液(6)の調製—

スチレン
 アクリル酸ステアaryl
 p-スチレンスルホン酸ナトリウム
 トデシルメルカプタン
 (以上、和光純薬(株)製)
 デカンジオールジブチル酸エステル
 (和光化学(株)製)

上記成分を混合して溶解させた後、アニオン性界面活

性剤(日本油脂(株)製：ニューレックスペーセントH)

20部をイオン交換水1300部に溶解したものに、フ

ラスコ中で分散し、乳化し、10分間ゆっくりと混合し

ながら、これに過硫酸アンモニウム(和光純薬(株)

製)20部を溶解したイオン交換水200部を投入し、※

一着色剤分散液(1)の調製—

フタロシアニン顔料
 (大日精化(株)製：PVFASTBLUE)
 アニオン界面活性剤
 (第一工業製薬(株)社製：ネオゲンRK)

イオン交換水

250部
 20部
 730部

上記成分を混合して溶解させた後、ホモジナイザー(1

KA社製：ウルトラタラックス)を用いて分散し、着色剤

(フタロシアニン顔料)を分散させてなる着色剤分散液★

一着色剤分散液(2)の調製—

イエロー顔料
 (クラリアントジャパン社製：PY180)
 アニオン界面活性剤
 (日本油脂(株)社製：ニューレックスR)

イオン交換水

200部
 20部
 780部

上記成分を混合して溶解させた後、ホモジナイザー(1

KA社製：ウルトラタラックス)を用いて分散し、着色剤

(イエロー顔料)を分散させてなる着色剤分散液(2)☆

一着色剤分散液(3)の調製—

マゼンタ顔料
 (大日精化(株)製：PR122)^a
 アニオン界面活性剤
 (日本油脂(株)社製：ニューレックスR)

イオン交換水

300部
 25部
 675部

上記成分を混合して溶解させた後、ホモジナイザー(1

KA社製：ウルトラタラックス)を用いて分散し、着色剤

(マゼンタ顔料)を分散させてなる着色剤分散液(3)◆

一着色剤分散液(4)の調製—

カーボンブラック
 (キヤバット社製：リーガル330)
 アニオン界面活性剤

230部
 25部

(14)

25
 (日本油脂(株)製：ニューレックスR)
 イオン交換水
 26
 745部

上記成分を混合し、溶解させた後、ホモジナイザー(1

KA社製：ウルトラタラックス)を用いて分散し、着色剤

(カーボンブラック)を分散させてなる着色剤分散液 *

一離型剤粒子分散液の調製

ポリエチレンワックス(分子量=730)
 (東洋ペトロライ社製：ポリワックス725)
 アニオン界面活性剤
 (日本油脂(株)製：ニューレックスR)
 イオン交換水
 400部
 20部
 580部

上記成分を混合して溶解させた後、ホモジナイザー(1

KA社製：ウルトラタラックス)を用いて分散した後、圧

力吐出型ホモジナイザーで分散処理し、離型剤粒子(ポ

リエチレンワックス)を分散させてなる離型剤粒子分散液

一エステル化合物粒子分散液(1)の調製—

ステアリン酸ステアaryl

(理研ビタミン社製：リケマールSL-800)

(エステル化合物のアルキル基の炭素数=17、分子量=522)

アニオン界面活性剤
 (日本油脂(株)製：ニューレックスR)
 イオン交換水
 2部
 300部

上記成分を混合して溶解させた後、ホモジナイザー(1

KA社製：ウルトラタラックス)を用いて分散した後、圧

力吐出型ホモジナイザーで分散処理し、エステル化合物

★【0095】

一エステル化合物粒子分散液(2)の調製—

ステアリン酸アザル

(ニッコーケミカルズ社製：NKKOLBS)

(エステル化合物のアルキル基の炭素数=17、分子量=354)

アニオン界面活性剤
 (日本油脂(株)製：ニューレックスR)
 イオン交換水
 2部
 300部

上記成分を混合し、溶解させた後、ホモジナイザー(1

KA社製：ウルトラタラックス)を用いて分散した後、圧

力吐出型ホモジナイザーで分散処理し、エステル化合物

★【0096】

一エステル化合物粒子分散液(3)の調製—

ブチラウレント

(日本油脂社製)

[エステル化合物のアルキル基の炭素数=11、分子量=256]

アニオン界面活性剤
 (日本油脂(株)製：ニューレックスR)
 イオン交換水
 2部
 300部

上記成分を混合して溶解させた後、ホモジナイザー(1

KA社製：ウルトラタラックス)を用いて分散した後、圧

力吐出型ホモジナイザーで分散処理し、エステル化合物

◆【0097】

一エステル化合物粒子分散液(4)の調製—

グリセリンモノ・ジベヘネート

(リケンビタミン社製：リケマールB-200)

(エステル化合物のアルキル基の炭素数=21、分子量=617)

アニオン界面活性剤
 (日本油脂(株)製：ニューレックスR)
 イオン交換水
 2部
 300部

(17)

37

とが確認された。更に60分46℃で加熱攪拌を保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約4.5μmである凝集粒子が形成されていることが確認された。

【0109】＜溶融工程＞この凝集粒子分散液のpHは2.2であった。そこに、炭酸ナトリウム（和光純薬社製）を0.5重量％に希釈した水溶液を穏やかに添加しpHを5.2に調整した後、攪拌を継続しながら7*

（静電荷現像剤作製例（4））

＜凝集工程＞

－凝集粒子の調製－

樹脂粒子分散液（4）

着色剤分散液（1）

離型剤粒子分散液（1）

エステル化合物粒子分散液（1）

過酸化ラウロイル

硫酸アルミニウム

（和光純薬社製）

イオン交換水

上記成分を丸型ステンレス製フラスコ中に収容してpH2.0に調整し、ホモジナイザー（IKA社製：ウルトラタックスT50）を用いて分散した後、加熱用オイルバス中で86℃まで攪拌しながら加熱した。86℃で80分間保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約6.2μmである凝集粒子が形成されていることが確認された。更に90分86℃で加熱攪拌を保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約6.5μmである凝集粒子が形成されていることが確認された。

30

【0112】＜溶融工程＞この凝集粒子分散液のpHは※30（静電荷現像剤作製例（5））

＜凝集工程＞

－凝集粒子の調製－

樹脂粒子分散液（5）

着色剤分散液（1）

離型剤粒子分散液（1）

エステル化合物粒子分散液（1）

過酸化ラウロイル

硫酸アルミニウム

（和光純薬社製）

イオン交換水

上記成分を丸型ステンレス製フラスコ中に収容してpH2.0に調整し、ホモジナイザー（IKA社製：ウルトラタックスT50）を用いて分散した後、加熱用オイルバス中で65℃まで攪拌しながら加熱した。65℃で70分間保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約5.5μmである凝集粒子が形成されていることが確認された。更に60分65℃で加熱攪拌を保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約5.7μmである凝集粒子が形成されていることが確認され

30

32

*5℃まで加熱し、4時間保持した。その後、反応生成物をろ過し、イオン交換水で十分に洗浄した後、真空乾燥機を用いて乾燥させることによりトナー粒子を得た。

【0110】＜評価＞得られたトナーの平均粒径は4.7μmであった。得られたトナー粒子を静電荷現像剤作製例（1）と同様の方法で静電荷現像剤の作成し静電荷現像剤作製例（3）を調製した。

【0111】

10

2833部

100部

125部

200部

10部

5部

100部

※2.2であった。そこに、炭酸ナトリウム（和光純薬社製）を0.5重量％に希釈した水溶液を穏やかに添加し、pHを6.2に調整した後、攪拌を継続しながら95℃まで加熱し、5時間保持した。その後、反応生成物をろ過し、イオン交換水で十分に洗浄した後、真空乾燥機を用いて乾燥させることによりトナー粒子を得た。

【0113】＜評価＞得られたトナーの平均粒径は6.6μmであった。得られたトナー粒子を静電荷現像剤作製例（1）と同様の方法で静電荷現像剤の作成し静電荷現像剤作製例（4）を調製した。

【0114】

2833部

100部

125部

200部

10部

5部

100部

た。

【0115】＜溶融工程＞この凝集粒子分散液のpHは2.3であった。そこに、炭酸ナトリウム（和光純薬社製）を0.5重量％に希釈した水溶液を穏やかに添加し、pHを5.5に調整した後、攪拌を継続しながら90℃まで加熱し、5時間保持した。その後、反応生成物をろ過し、イオン交換水で十分に洗浄した後、真空乾燥機を用いて乾燥させることによりトナー粒子を得た。

【0116】＜評価＞得られたトナーの平均粒径は5.

(18)

32

9μmであった。得られたトナー粒子を静電荷現像剤作製例（1）と同様の方法で静電荷現像剤の作成し静電荷現像剤作製例（6））

＜凝集工程＞

－凝集粒子の調製－

樹脂粒子分散液（6）

着色剤分散液（1）

離型剤粒子分散液（1）

エステル化合物粒子分散液（1）

過酸化ラウロイル

硫酸アルミニウム

（和光純薬社製）

イオン交換水

上記成分を丸型ステンレス製フラスコ中に収容してpH2.0に調整し、ホモジナイザー（IKA社製：ウルトラタックスT50）を用いて分散した後、加熱用オイルバス中で64℃まで攪拌しながら加熱した。64℃で50分間保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約5.1μmである凝集粒子が形成されていることが確認された。更に40分64℃で加熱攪拌を保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約5.2μmである凝集粒子が形成されていることが確認された。

【0118】＜溶融工程＞この凝集粒子分散液のpHは※30（静電荷現像剤作製例（7））

＜凝集工程＞

－凝集粒子の調製－

樹脂粒子分散液（1）

着色剤分散液（2）

離型剤粒子分散液（2）

エステル化合物粒子分散液（1）

過酸化ラウロイル

硫酸アルミニウム

（和光純薬社製）

イオン交換水

上記成分を丸型ステンレス製フラスコ中に収容してpH2.0に調整し、ホモジナイザー（IKA社製：ウルトラタックスT50）を用いて分散した後、加熱用オイルバス中で64℃まで攪拌しながら加熱した。68℃で60分間保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約4.9μmである凝集粒子が形成されていることが確認された。更に60分68℃で加熱攪拌を保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約5.3μmである凝集粒子が形成されていることが確認された。

【0121】＜溶融工程＞この凝集粒子分散液のpHは★30（静電荷現像剤作製例（8））

＜凝集工程＞

－凝集粒子の調製－

樹脂粒子分散液（1）

樹脂粒子分散液（1）

34

*電荷現像剤作製例（5）を調製した。

【0117】

1063部

100部

125部

200部

8部

5部

1000部

※2.2であった。そこに、炭酸ナトリウム（和光純薬社製）を0.5重量％に希釈した水溶液を穏やかに添加しpHを7.2に調整した後、攪拌を継続しながら90℃まで加熱し、6時間保持した。その後、反応生成物をろ過し、イオン交換水で十分に洗浄した後、真空乾燥機を用いて乾燥させることによりトナー粒子を得た。

【0119】＜評価＞得られたトナーの平均粒径は、4μmであった。得られたトナー粒子を静電荷現像剤作製例（1）と同様の方法で静電荷現像剤の作成し静電荷現像剤作製例（6）を調製した。

【0120】

2767部

117部

125部

200部

12部

7部

150部

★2.5であった。そこに、炭酸ナトリウム（和光純薬社製）を0.5重量％に希釈した水溶液を穏やかに添加しpHを5.2に調整した後、攪拌を継続しながら90℃まで加熱し、6時間保持した。その後、反応生成物をろ過し、イオン交換水で十分に洗浄した後、真空乾燥機を用いて乾燥させることによりトナー粒子を得た。

【0122】＜評価＞得られたトナーの平均粒径は5.5μmであった。得られたトナー粒子を静電荷現像剤作製例（1）と同様の方法で静電荷現像剤の作成し静電荷現像剤作製例（7）を調製した。

【0123】

2667部

(19)

35

着色剤分散液 (3)
離型剤粒子分散液
エステル化合物粒子分散液 (1)
過酸化ラウロイル
硫酸アルミニウム
(和光純薬社製)
イオン交換水

* 2. 4であった。そこに、炭酸水素ナトリウム (和光純薬社製) を0. 5重量%に希釈した水溶液を穏やかに添加し、pHを7. 2に調整した後、攪拌を継続しながら90℃まで加熱し、4時間保持した。その後、反応生成物をろ過し、イオン交換水で十分に洗浄した後、真空乾燥機を用いて乾燥させることによりトナー粒子を得た。

【0125】<評価>得られたトナーの平均粒径は5. 2μmであった。得られたトナー粒子を静電荷像現像剤作製例 (1) と同様の方法で静電荷像現像剤の作成し、静電荷像現像剤作製例 (8) を調製した。

【0124】<溶融工程>この凝集粒子分散液のpHは*

(静電荷像現像剤作製例 (9))

<凝集工程>

一凝集粒子の調製

樹脂粒子分散液 (1)

着色剤分散液 (4)

離型剤粒子分散液

エステル化合物粒子分散液 (1)

過酸化ラウロイル

硫酸アルミニウム

(和光純薬社製)

イオン交換水

上記成分を丸型ステンレス製フラスコ中に収容してpH

2. 0に調整し、ホモジナイザー (IKA社製: ウルト

ラタラックスT50) を用いて分散した後、加熱用オイ

ルバス中で67℃まで攪拌しながら加熱した。67℃で

60分間保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均

粒径が約4. 8μmである凝集粒子が形成されているこ

とが確認された。更に60分67℃で加熱攪拌を保持し

た後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約5. 0

μmである凝集粒子が形成されていることが確認され

た。

【0127】<溶融工程>この凝集粒子分散液のpHは※

(静電荷像現像剤作製例 (10))

<凝集工程>

一凝集粒子の調製

樹脂粒子分散液 (1)

着色剤分散液 (1)

離型剤粒子分散液

エステル化合物粒子分散液 (2)

過酸化ラウロイル

硫酸アルミニウム

(和光純薬社製)

上記成分を丸型ステンレス製フラスコ中に収容してpH

2. 0に調整し、ホモジナイザー (IKA社製: ウルト

ラタラックスT50) を用いて分散した後、加熱用オイ

ルバス中で68℃まで攪拌しながら加熱した。68℃で

60分間保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均

粒径が約4. 8μmである凝集粒子が形成されているこ

36

250部
125部
200部
7部
7部

120部

* 2. 4であった。そこに、炭酸水素ナトリウム (和光純薬社製) を0. 5重量%に希釈した水溶液を穏やかに添

加し、pHを7. 2に調整した後、攪拌を継続しながら90℃まで加熱し、4時間保持した。その後、反応生成物をろ過し、イオン交換水で十分に洗浄した後、真空乾燥機を用いて乾燥させることによりトナー粒子を得た。

【0126】

樹脂粒子分散液 (1)

着色剤分散液 (1)

離型剤粒子分散液

エステル化合物粒子分散液 (3)

過酸化ラウロイル

硫酸アルミニウム

(和光純薬社製)

イオン交換水

上記成分を丸型ステンレス製フラスコ中に収容してpH

2. 0に調整し、ホモジナイザー (IKA社製: ウルト

ラタラックスT50) を用いて分散した後、加熱用オイ

ルバス中で65℃まで攪拌しながら加熱した。65℃で

60分間保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均

粒径が約4. 5μmである凝集粒子が形成されているこ

とが確認された。更に60分65℃で加熱攪拌を保持し

た後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約4. 8

μmである凝集粒子が形成されていることが確認され

た。

【0133】<溶融工程>この凝集粒子分散液のpHは※

(静電荷像現像剤作製例 (12))

<凝集工程>

一凝集粒子の調製

樹脂粒子分散液 (1)

着色剤分散液 (1)

離型剤粒子分散液

エステル化合物粒子分散液 (4)

過酸化ラウロイル

硫酸アルミニウム

(和光純薬社製)

イオン交換水

上記成分を丸型ステンレス製フラスコ中に収容してpH

2. 0に調整し、ホモジナイザー (IKA社製: ウルト

ラタラックスT50) を用いて分散した後、加熱用オイ

ルバス中で65℃まで攪拌しながら加熱した。65℃で

60分間保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均

粒径が約4. 9μmである凝集粒子が形成されているこ

とが確認された。更に60分65℃で加熱攪拌を保持し

た後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約4. 9

(20)

37

イオン交換水

上記成分を丸型ステンレス製フラスコ中に収容してpH

2. 0に調整し、ホモジナイザー (IKA社製: ウルト

ラタラックスT50) を用いて分散した後、加熱用オイ

ルバス中で65℃まで攪拌しながら加熱した。65℃で

60分間保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均

粒径が約4. 9μmである凝集粒子が形成されているこ

とが確認された。更に60分65℃で加熱攪拌を保持し

た後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約5. 1

μmである凝集粒子が形成されていることが確認され

た。

【0130】<溶融工程>この凝集粒子分散液のpHは*

(静電荷像現像剤作製例 (11))

<凝集工程>

一凝集粒子の調製

樹脂粒子分散液 (1)

着色剤分散液 (1)

離型剤粒子分散液

エステル化合物粒子分散液 (3)

過酸化ラウロイル

硫酸アルミニウム

(和光純薬社製)

イオン交換水

上記成分を丸型ステンレス製フラスコ中に収容してpH

2. 0に調整し、ホモジナイザー (IKA社製: ウルト

ラタラックスT50) を用いて分散した後、加熱用オイ

ルバス中で65℃まで攪拌しながら加熱した。65℃で

60分間保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均

粒径が約4. 5μmである凝集粒子が形成されているこ

とが確認された。更に60分65℃で加熱攪拌を保持し

た後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約4. 8

μmである凝集粒子が形成されていることが確認され

た。

【0133】<溶融工程>この凝集粒子分散液のpHは※

(静電荷像現像剤作製例 (12))

<凝集工程>

一凝集粒子の調製

樹脂粒子分散液 (1)

着色剤分散液 (1)

離型剤粒子分散液

エステル化合物粒子分散液 (4)

過酸化ラウロイル

硫酸アルミニウム

(和光純薬社製)

イオン交換水

上記成分を丸型ステンレス製フラスコ中に収容してpH

2. 0に調整し、ホモジナイザー (IKA社製: ウルト

ラタラックスT50) を用いて分散した後、加熱用オイ

ルバス中で65℃まで攪拌しながら加熱した。65℃で

60分間保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均

粒径が約4. 9μmである凝集粒子が形成されているこ

とが確認された。更に60分65℃で加熱攪拌を保持し

た後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約4. 9

μmである凝集粒子が形成されていることが確認され

た。

38

100部

* 2. 2であった。そこに、炭酸ナトリウム (和光純薬社

製) を0. 5重量%に希釈した水溶液を穏やかに添加

し、pHを5. 0に調整した後、攪拌を継続しながら9

0℃まで加熱し、4時間保持した。その後、反応生成物

をろ過し、イオン交換水で十分に洗浄した後、真空乾燥

機を用いて乾燥させることによりトナー粒子を得た。

【0131】<評価>得られたトナーの平均粒径は5. 2

μmであった。得られたトナー粒子を静電荷像現像剤

作製例 (1) と同様の方法で静電荷像現像剤の作成し、

静電荷像現像剤作製例 (10) を調製した。

【0132】

樹脂粒子分散液 (1)

着色剤分散液 (1)

離型剤粒子分散液

エステル化合物粒子分散液 (3)

過酸化ラウロイル

硫酸アルミニウム

(和光純薬社製)

イオン交換水

上記成分を丸型ステンレス製フラスコ中に収容してpH

2. 0に調整し、ホモジナイザー (IKA社製: ウルト

ラタラックスT50) を用いて分散した後、加熱用オイ

ルバス中で65℃まで攪拌しながら加熱した。65℃で

60分間保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均

粒径が約4. 5μmである凝集粒子が形成されているこ

とが確認された。更に60分65℃で加熱攪拌を保持し

た後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約4. 8

μmである凝集粒子が形成されていることが確認され

た。

【0133】<溶融工程>この凝集粒子分散液のpHは※

(静電荷像現像剤作製例 (12))

<凝集工程>

一凝集粒子の調製

樹脂粒子分散液 (1)

着色剤分散液 (1)

離型剤粒子分散液

エステル化合物粒子分散液 (4)

過酸化ラウロイル

硫酸アルミニウム

(和光純薬社製)

イオン交換水

上記成分を丸型ステンレス製フラスコ中に収容してpH

2. 0に調整し、ホモジナイザー (IKA社製: ウルト

ラタラックスT50) を用いて分散した後、加熱用オイ

ルバス中で65℃まで攪拌しながら加熱した。65℃で

60分間保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均

粒径が約4. 9μmである凝集粒子が形成されているこ

とが確認された。更に60分65℃で加熱攪拌を保持し

た後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約4. 9

μmである凝集粒子が形成されていることが確認され

た。

離型剤付分散液
エラストマー系材料分散液 (7)
過酸化ラウロイル
硫酸アルミニウム
(和光純薬社製)
イオン交換水

上記成分を丸型ステンレス製フラスコ中に収容してpH 2.0に調整し、ホモジナイザー (IKA社製:ウルトラタックスT50)を用いて分散した後、加熱圧サイクルバス中で65℃まで攪拌しながら加熱した。65℃で6.0分間保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約4.8μmである凝集粒子が形成されていることが確認された。更に6.0分65℃で加熱操作を保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約5.1μmである凝集粒子が形成されていることが確認された。

【0151】<溶融工程>この凝集粒子分散液のpHは2.2であった。そこに、炭酸ナトリウム (和光純薬社製)を0.5重量%に希釈した水溶液を徐々に添加し、pHを5.0に調整した後、攪拌を継続しながら90℃まで加熱し、4時間保持した。その後、反応生成物をろ過し、イオン交換水で十分に洗浄した後、真空乾燥機を用いて乾燥させることによりトナー粒子を得た。

【0152】<評価>得られたトナーの平均粒径は5.3μmであったが、粒度分布はやや広かった。得られたトナー粒子を静電荷像現像剤作製例(1)と同様の方法で静電荷像現像剤の作成し静電荷像現像剤作製例(1)7)を調製した。

【0153】(画像形成装置(1)の調製)富士ゼロックス社製Aカラー930複写機の定着機部分を取り出し、離型オイル供給機を取り外し、定着ロール及び加熱ロール表面にエチレン-酢酸ビニリデン-テトラフルオロエチレン共重合体からなるフィルムを被覆した定着機を装着して画像形成装置(2)を調製した。

【0154】(画像形成装置(2)の調製)画像形成装置(1)の定着機の定着ロールの代わりに、ポリイミドフィルムからなる定着ベルトを装着して画像形成装置(2)を調製した。

【0155】[実施例1] 静電荷像現像剤作製例(1)の現像剤を、画像形成装置(1)の現像剤に入れ、ゾリッド部及び被覆部を作製するように定着機を調整した。これを画像形成装置(1)の定着機の定着ロールと未定着画像の接触時間が0.04秒になるようにロール

12.5部
10.0部
1.0部
5部
300部

の回転速度を調整し、定着ロール表面が60℃から200℃まで、5℃おきに定着を行った。ゾリッド部の定着像の色は中央になるように印刷に折り目を入れ、定着像の破損の評価を行い、問題ないレベルになった定着速度を最低定着速度とした。また、目視により細結再現性、地かぶり、ホットオフセットを評価した。

【0156】(実施例2～15) 静電荷像現像剤作製例(2)～(15)の現像剤を用いた以外は実施例1と同様の方法で定着を行い、実施例1と同様に評価した。

【0157】(実施例16) 静電荷像現像剤作製例(1)の現像剤を、画像形成装置(2)の現像剤に入れ、ゾリッド部及び被覆部を作製するように未定着像を調製した。これを画像形成装置(2)の定着機の定着ベルトと未定着画像の接触時間が0.08秒になるようにベルトの速度を調整し、その他の条件は実施例1と同様の方法で定着を行い、画像の評価を行った。

【0158】(比較例1) 静電荷像現像剤作製例(1)の現像剤を用いた以外は実施例1と同様の方法で定着を行い、実施例1と同様に評価した。

【0159】(比較例2) 富士ゼロックス社製Aカラー930複写機の定着機部分を用いた以外は実施例1と同様の方法で定着を行い、実施例1と同様に評価した。

【0160】(比較例3) 静電荷像現像剤作製例(1)の現像剤を用いた以外は実施例1と同様の方法で定着を行い、実施例1と同様に評価した。

【0161】(評価) 以上の実施例1～15及び比較例1～3について、使用したトナーの特性を表1に、平均粒径、粒度分布GSDや定着特性を表2に示した。なお、Tmはトナーの融点、G'(30)は30℃における貯蔵弾性率、G'(Tm)、G'(Tm+10)は融点及び融点+10℃における貯蔵弾性率、G'(Tm)、G'(Tm+10)は融点及び融点+10℃における損失弾性率、 $\Delta \log G'$ は $\log G' (Tm+20) - \log G' (Tm+50)$ を、また、 $\Delta \log G'$ は $\log G' (Tm+20) - \log G' (Tm+50)$ をそれぞれ表す。

【0162】

【表1】

平均粒径	GSD	定着温度	結露性	地かぶり	ゾリッド部
実施例1	5.2	123	85	良好	良好
実施例2	5.7	121	100	良好	良好
実施例3	4.7	125	60	良好	良好
実施例4	5.6	126	95	良好	良好
実施例5	5.9	124	80	良好	良好
実施例6	5.4	122	75	良好	良好
実施例7	5.5	121	85	良好	良好
実施例8	5.2	125	80	良好	良好
実施例9	5.2	125	85	良好	良好
実施例10	5.2	124	85	良好	良好
実施例11	5.0	127	85	良好	良好
実施例12	5.1	122	85	良好	良好
実施例13	5.7	124	85	良好	良好
実施例14	5.3	123	85	良好	良好
実施例15	5.5	122	85	良好	良好
実施例16	5.2	122	90	良好	良好
比較例1	5.3	135	85	やや悪	未発生
比較例2	7.0	134	150	やや悪	100℃で発生
比較例3	5.3	139	85	やや悪	未発生

【0164】表1及び表2から明らかのように、実施例1～15の静電荷像用トナーを含む静電荷像現像剤は、比較例1～3の静電荷像用トナーを含む静電荷像現像剤と比較して、粒度分布を狭く、すなわちトナー一つ一つ

	Tm	G'(30)	G'(Tm)	G'(Tm+10)	G'(Tm+20)	G'(Tm+50)	$\Delta \log G'$	$\Delta \log G'$
実施例1	72	2.1	7.6	5.0	7.4	4.6	1.1	1.3
実施例2	92	5.3	5.5	6.2	6.3	5.9	1.2	1.0
実施例3	49	1.6	1.8	9.2	1.9	3.0	1.4	1.4
実施例4	88	4.8	5.4	2.2	5.1	3.3	0.4	0.3
実施例5	70	2.0	8.6	1.5	8.5	1.4	0.5	0.6
実施例6	67	1.8	3.2	8.3	3.2	8.3	0.3	0.2
実施例7	71	2.1	7.7	5.2	7.4	4.5	1.0	1.2
実施例8	72	2.1	7.6	4.8	7.2	4.5	1.0	1.1
実施例9	71	2.1	7.6	5.0	7.5	4.7	0.9	0.9
実施例10	70	2.1	7.4	4.8	7.4	5.0	1.0	1.1
実施例11	72	2.1	7.3	4.6	7.3	4.4	0.6	0.5
実施例12	72	2.1	7.0	3.8	6.8	3.6	0.8	0.7
実施例13	71	2.1	7.1	5.2	6.8	5.0	1.2	1.3
実施例14	72	2.1	7.4	5.0	7.3	5.0	1.0	0.8
実施例15	72	2.1	7.1	4.0	6.8	3.6	0.7	0.5
比較例1	73	2.1	7.2	4.8	7.1	4.5	1.2	1.1
比較例2	-	1.3	-	-	-	-	-	-

【0163】

* * 【表2】

	平均粒径	GSD	定着温度	結露性	地かぶり	ゾリッド部
実施例1	5.2	123	85	良好	無し	未発生
実施例2	5.7	121	100	良好	無し	未発生
実施例3	4.7	125	60	良好	無し	未発生
実施例4	5.6	126	95	良好	無し	未発生
実施例5	5.9	124	80	良好	無し	未発生
実施例6	5.4	122	75	良好	無し	未発生
実施例7	5.5	121	85	良好	無し	未発生
実施例8	5.2	125	80	良好	無し	未発生
実施例9	5.2	125	85	良好	無し	未発生
実施例10	5.2	124	85	良好	無し	未発生
実施例11	5.0	127	85	良好	無し	未発生
実施例12	5.1	122	85	良好	無し	未発生
実施例13	5.7	124	85	良好	無し	未発生
実施例14	5.3	123	85	良好	無し	未発生
実施例15	5.5	122	85	良好	無し	未発生
実施例16	5.2	122	90	良好	無し	未発生
比較例1	5.3	135	85	やや悪	やや発生	未発生
比較例2	7.0	134	150	やや悪	やや発生	100℃で発生
比較例3	5.3	139	85	やや悪	やや発生	未発生

【0164】表1及び表2から明らかのように、実施例1～15の静電荷像用トナーを含む静電荷像現像剤は、比較例1～3の静電荷像用トナーを含む静電荷像現像剤と比較して、粒度分布を狭く、すなわちトナー一つ一つ

(25)

47

の粒徑を揃えることが出来るため、細線再現性に優れ、また地かぶりのない静電荷現像用トナーを得ることができた。また、実施例1と同じ静電荷現像用トナーを含む静電荷現像剤を、定着ベルトを装着した画像形成装置(2)に装填して画質評価をしたところ、実施例と同様に細線再現性に優れ、かつ地かぶりのない優れた画像を安定して形成することができた。

【0165】

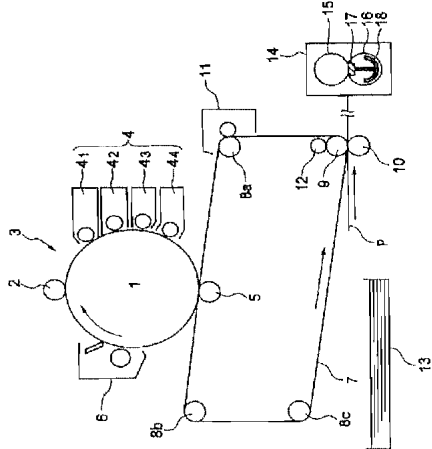
48

【発明の効果】本発明は、上記の構成を採用することにより、優れた低電定着性を有し、着色剤や媒型剤を均一に分散した静電荷現像用トナーの提供を可能とし、定着時の加熱張力の低減、ベルト式定着機や、高速定着機においても、安定して優れた画像の形成を可能とした。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の画像形成方法を実施するための画像形成装置の1例の概念図である。

【図1】



フロントページの続き

(72)発明者	福島 紀人	Fターム(参考)	2H003 AA01 AA06 AA21 AR03 DA06
	神奈川県横浜市竹松1600番地 富士ゼロックス株式会社内		CA01 CA08 CA14 DA05 DA05
(72)発明者	今井 孝史		EA03 EA06 EA10
	神奈川県横浜市竹松1600番地 富士ゼロックス株式会社内		2H033 AA02 AA09 AA30 BA11 BA12
			BA58 BB01 BE28 CA36